

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ХЛОРИДНЫХ СОЛЕЙ ИРИДИЯ (III)

¹Ильяшевич Виктор Дмитриевич, ¹Павлова Елена Игоревна,

¹Лосева Марина Петровна, ²Губанов Александр Иридиевич

¹ ОАО «Крастцветмет», 660027, г. Красноярск, Транспортный проезд, дом 1
onchief@krastsvetmet.ru

² Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
Новосибирск, 630090, пр. Акад. Лаврентьева, 3, sam@che.nsk.su

Основной областью применения хлорида иридия(III) является использование его в качестве гомогенного катализатора в органическом синтезе. Известные из литературных источников способы получения хлоридных солей иридия, основанные на осаждении гидроксида иридия [1;2] и последующей его термообработке, позволяют получать только безводный иридий(III) хлорид, который, практически всегда, содержит примеси того или иного щелочного металла, в зависимости от состава используемой щелочи.

По результатам проведенных исследований был разработан способ получения хлоридов трехвалентного иридия, как в виде безводной соли, так и в виде кристаллогидрата [3]. Способ основан на обработке солянокислого раствора иридия (IV) восстановителем, дальнейшем упаривании раствора до сухих солей и термообработке. В качестве восстановителя использовали гидразин хлорид и щавелевую кислоту, расходы реагентов и рабочий интервал значений окислительно-восстановительного потенциала, обеспечивающие присутствие в растворе исключительно трехвалентного иридия, определяли опытным путем. В ходе проведения экспериментов было установлено, что при упаривании досуха солянокислого раствора иридия после восстановительной обработки, образуется губчатый осадок хлоридных солей иридия переменного состава, содержащий как кристаллизационную, так и несвязанную воду. При последующей его термообработке при температуре (115 - 130)°С, осадок постепенно превращается в порошок иридий(III) хлорид гидрата. Это хорошо растворимое в воде соединение оливково-коричневого или оливково-зеленого цвета, с массовой долей иридия 50-56 %. Именно с такой массовой долей иридия растворимая соль иридий(III) хлорид гидрата пользуется спросом у потребителей и находит широкое применение в различных областях техники и технологии. Выполненный «синхронный» термогравиметрический анализ с одновременной фиксацией газовой фазы методом масс-спектрометрии, установил, что на каждую молекулу иридий (III) хлорида приходится 4.1-4.5 молекулы кристаллизационной воды. В безводном иридий(III) хлориде массовая доля иридия должна составлять не менее 64%, поэтому температура термообработки осадка после упаривания, установленная опытным путем, составила (350 - 400)°С. Проведение процесса при более высоких температурах приводит к частичному разложению соли, а более низкие температуры не обеспечивают полного удаления кристаллизационной воды. На автоматическом дифрактометре BRUKER X8APEX был выполнен рентгенофазовый анализ полученных соединений, который показал, что вещество структурно аморфно и изотропно. По результатам проведенных исследований водных и солянокислых растворов образцов хлоридных солей иридия методом электронной спектроскопии было установлено, что весь иридий находится в состоянии окисления III.

Таким образом, использование способа позволяет получать хлоридные соли иридия(III) с заданной массовой долей основного компонента. Разработан метод аттестации готовой продукции иридий(III) хлорид гидрата: основной компонент определяется методом термогравиметрии, элементы-примеси – методом АЭС-ИСП на спектрометре CIROS фирмы Spectro.